

***А.В. РОМЕНСКИЙ***, канд. техн. наук,

ЗАО "СЕВЕРОДОНЕЦКОЕ ОБЪЕДИНЕНИЕ АЗОТ", г. Северодонецк

## **ПРОМЫШЛЕННАЯ УЛЬТРАЗВУКОВАЯ УСТАНОВКА ПО ПРОИЗВОДСТВУ КАТАЛИЗАТОРА СИНТЕЗА ВИНИЛАЦЕТАТА**

Представлено опис промислової установки по виробництву цинкацетатного каталізатора синтезу вінілацетату на базі ультразвукового реактора просочення потужністю 150 тонн/рік. Промислова експлуатація Zn-Ac каталізатора, приготовленого на новій установці, дозволила збільшити потужність виробництва вінілацетату на 33 %.

Description of plant of manufacture of zinc acetate catalyst for synthesis vinyl acetate by productivity of 150 tons/year on basis of ultrasonic reactor is presented. Commercial operation of Zn-Ac catalyst prepared on new installation has allowed to increase of productivity of manufacture of vinyl acetate by 33 %.

Технологический процесс получения цинкацетатного катализатора в УЗ-поле представлен на рисунке и состоит из следующих стадий: приготовление раствора ацетата цинка; ультразвуковая пропитка активного угля раствором ацетата цинка; сушка и упаковка цинкацетатного катализатора [1].

Концентрированная уксусная кислота транспортируется на промышленную установку из цеха уксусной кислоты ЗАО "Северодонецкое объединение Азот" в передвижном контейнере 1.

Сливной штуцер контейнера 1 соединяется гибким металлорукавом со штуцером линии всоса насоса 2, которым уксусная кислота перекачивается в емкость 3. Уровень в емкости 3 измеряется пьезометрическим указателем уровня.

Из емкости 3 уксусная кислота насосом 2 подается в мерник уксусной кислоты 4 с уровнемерным стеклом. Схемой предусмотрена подача уксусной кислоты в мерник 4 насосом 2 непосредственно из контейнера 1.

Глубокообессоленная вода из общей сети предприятия поступает в мерник глубокообессоленной воды 6 с уровнемерным стеклом.

Приготовление 30 %-ной уксусной кислоты проводится в реакторе с пропеллерной мешалкой 5, снабженном рубашкой для обогрева. Раствор ацетата цинка готовится в две стадии:

- приготовление концентрированного раствора ацетата цинка;
- приготовление рабочего раствора ацетата цинка заданной концентрации.

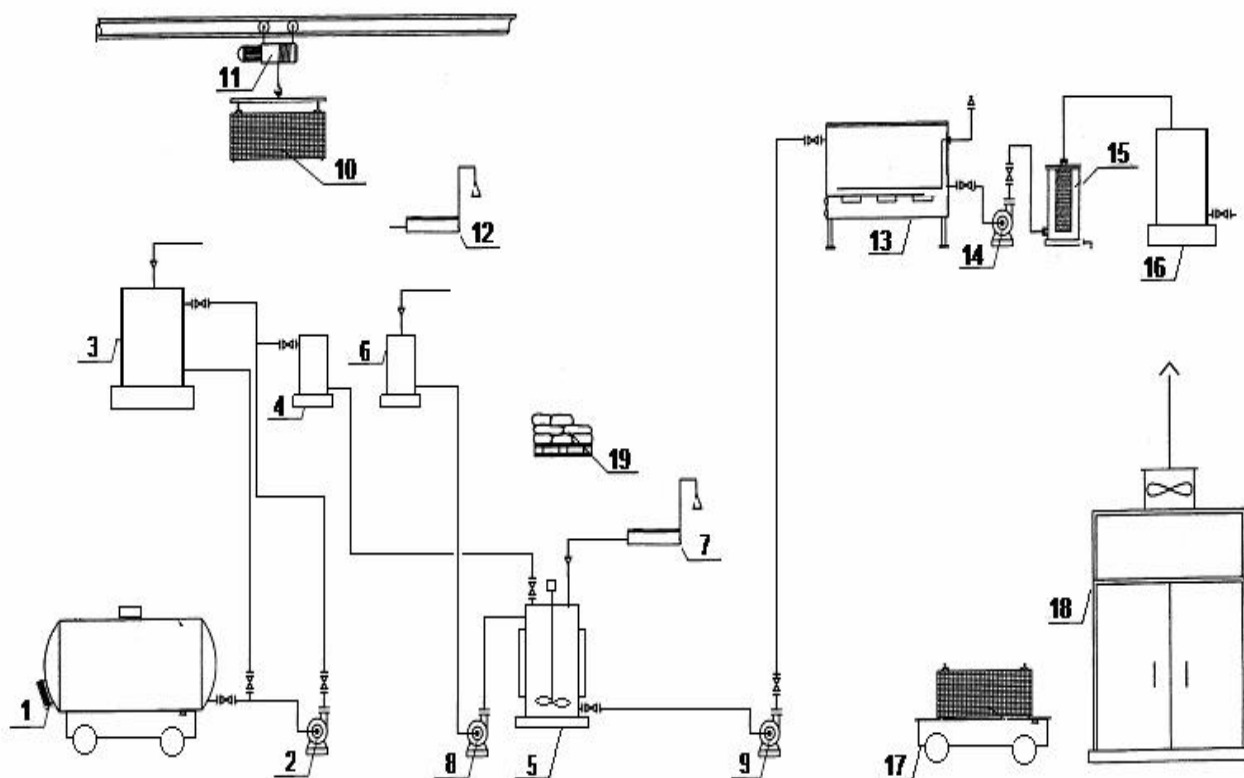
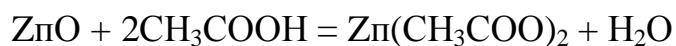


Рисунок – Принципиальная схема ультразвуковой установки для производства цинкацетатного катализатора:

- 1 – передвижной контейнер; 2, 8, 9, 14 – насос; 3, 16 – емкость; 4, 6 – мерник;  
 5 – реактор; 7, 12 – весы; 10 – сетчатая корзина УЗ-ванны; 11 – электрическая таль;  
 13 – ультразвуковая ванна; 15 – патронный фильтр; 17 – тележка;  
 18 – сушильная печь; 19 – мешки с углем АГН-1.

Для получения концентрированного раствора ацетата цинка из мерника 6 насосом 8 в реактор 5 подают 670 – 690 дм<sup>3</sup> глубокообессоленной воды, затем, при включенной мешалке, 277 – 283 дм<sup>3</sup> концентрированной уксусной кислоты (290 – 296 кг в пересчете на 100 %-ную CH<sub>3</sub>COOH) и содержимое реактора 5 перемешивают в течение 14 – 16 минут. Концентрация уксусной кислоты в реакторе 5 должна быть в пределах 29 – 31 %. После проведения анализа на содержание уксусной кислоты в растворе в рубашку реактора 5 подают пар и подогревают до 50 – 60 °С, а затем, не прекращая перемешивания, в реактор 5 загружают 196 – 200 кг окиси цинка, предварительно взвешенного на весах 7. Содержимое реактора 5 нагревают до температуры 75 – 85 °С, регулируя подачу пара в рубашку реактора. Уксусная кислота реагирует с окисью цинка с образованием ацетата цинка по реакции:



Реакцию ведут до полного взаимодействия окиси цинка с уксусной кислотой при температуре 75 – 85 °С при перемешивании в течение 35 – 45 минут.

Массовая доля ацетата цинка в концентрированном растворе должна быть в пределах 39 – 41%, массовая доля свободной уксусной кислоты – не более 1,5 %.

Пропитка активного угля проводится в ультразвуковой ванне 13 (далее УЗ-ванна).

УЗ-ванна представляет собой прямоугольную сварную емкость из листовой нержавеющей стали 10Х17Н13М3Т толщиной 4мм. По периметру бортов ванна с наружной стороны окантована стальными угольниками 63×63мм, к которым сверху приварена отбортовка для сбора протечек с крышки ванны и корзины. Ванна опирается на четыре опоры из уголка 63×63мм.

В дно ванны вмонтированы девять пьезокерамических преобразователей-излучателей. На задней стенке ванны имеются два патрубка: один для заполнения ванны и другой – переливной. Слив раствора из ванны производится через штуцер, сваренный в дно ванны.

На торце левой стороны ванны установлены 3 вентилятора, которые, соответственно, по трем каналам-воздуховодам нагнетают воздух для охлаждения преобразователей. Концы питающих проводов преобразователей выведены на заднюю стенку ванны в клеммную коробку.

Сверху ванна закрыта крышкой на петлях. При открывании крышки она опирается на два амортизатора и фиксируется в открытом положении подвижными упорами.

Ванна снабжена корзиной, выполненной из листовой стали марки 10Х17Н13М3Т толщиной 2мм, а дно и боковые стенки из нержавеющей сетки 12Х18Н10Т с ячейками 2×2мм. Корзина устанавливается в ванне на два опорных прутка.

Активный уголь марки АГН-1, предварительно взвешенный на весах 12, в количестве 145 – 150кг загружается в сетчатую корзину УЗ-ванны 10, которая при помощи электрической тали 11 помещается в УЗ-ванну на два опорных прутка. При установке корзины в УЗ-ванну не допускается касание корзины непосредственно дна ванны во избежание выхода из строя пьезокерамических преобразователей.

В УЗ-ванну насосом 9 подается раствор ацетата цинка. Ванна заполня-

ется до переливного штуцера на высоту 400 мм (800 литров) после чего крышка УЗ-ванны закрывается и подается питающее напряжение от сети предприятия, при этом включаются три вентилятора охлаждения пьезокерамических преобразователей.

С целью удаления образовавшегося на пьезокерамических преобразователях конденсата, включение генераторов производится через один час после включения вентиляторов обдува преобразователей.

Через один час включаются генераторы. Для этого тумблер "СЕТЬ" переводится в состояние "ВКЛ" и поворотом ручки таймера по часовой стрелке до упора включаются генераторы. Необходимое время работы генераторов устанавливается по шкале таймера. После окончания работы выключаются генераторы переводом тумблера "СЕТЬ" в положение "ВЫКЛ." После выключения ультразвукового генератора раствор ацетата цинка из ванны 13 насосом 14 откачивается через патронный фильтр 15 в емкость 16.

Пропитанный в УЗ-ванне 13 активный уголь в сетчатых корзинах 10 электрической талью 11 поднимают над ванной, дают стечь раствору и выгружают на тележку 17, и далее транспортируется к сушильным печам 18.

Из корзин 10, пропитанный активный уголь высыпается в противни с сетчатым дном. Противни загружаются в сушильную печь 18 или на тележку 17, которая закатывается в сушильную печь 18. Под противни на тележке 17 и на поддоне сушильной печи 18 устанавливаются специальные поддоны во избежание попадания раствора на тележку 17.

После загрузки пропитанного активного угля в сушильных печах производится сушка пропитанного угля при температуре 120 °С.

При подъеме температуры в сушильных печах 18 проводится выдержка по достижению температуры:

40 °С – 30 минут;

80 °С – 30 минут;

120 °С – до окончания сушки.

Скорость подъема температуры в сушильных печах 20 – 30 °С в час.

Окончание сушки определяется по массовой доле влаги в готовом катализаторе (не более 2 %). Охлажденный в печи до температуры 50 °С цинкацетатный катализатор выгружается в мешки или барабаны с полиэтиленовым вкладышами и формируется в партии. Партией считается количество катализатора 24 тонны.

Готовый цинкацетатный катализатор отправляется потребителю.

В таблице представлены физико-химические характеристики приготовленного в УЗ-поле катализатора синтеза винилацетата.

Таблица

Сравнительная характеристика образцов  
цинкацетатного катализатора марки НТЦ – АК 8

№ п/п	Наименование	Содние ZnAc, %	Нас. вес, г/дм <sup>3</sup>	Фракционный состав, %				Влага, %	Удельная поверхность, м <sup>2</sup> /г	Начальная активность, г/дм <sup>3</sup> ч	
				> 5 мм	5 – 2,8 мм	> 1,1 мм	«дно»			170 °С	200°С
	ТУ 6-11-0209955-25-90	н/м 22	600- 700	н/б 30	н/м 68	н/б 2,0	отс.	н/б 2,0	н/м 100	н/м 25	н/м 150
1	НТЦ-АК 8 1 партия	28	618	8,19	91,26	0,36	отс.	4,56	365	54	163
2	НТЦ-АК 8 2 партия	24	609	7,38	91,58	0,45	отс.	3,9	572	60	158
3	НТЦ-АК 8 3 партия	24,1	648	7,6	91,7	0,6	отс.	3,5	648	70	171
4	НТЦ-АК 8 4 партия	23,4	679	31,97	61,19	6,1	3,98	3,98	596	63	152
5	НТЦ-АК 8 5 партия	22,6	678	41,97	52,3	4,9	0,103	3,4	594	68	165

В 2006 – 2008 гг. по разработанной технологии приготовлено 5 промышленных партий цинкацетатного катализатора (120 тонн).

Промышленное внедрение нового катализатора позволило выработать в 2007 году около 47 000 тонн винилацетата, что на 42 % выше проектной мощности [2].

В настоящее время на ЗАО "Северодонецкое объединение Азот" освоена и работает промышленная установка по приготовлению цинкацетатного катализатора в УЗ-поле, мощностью 150 тонн кат./год.

**Список литературы:** 1. Ультразвук в гетерогенном катализе. / Роменский А.В., Казаков В.В., Гринь Г.И. и др. – Северодонецк: ОАО "Северодонецкая городская типография", 2006. – 271 с.  
2. Казаков В.В. Основные этапы и перспективы развития Северодонецкого химического комбината. 1951 – 2007. – Северодонецк: ОАО "Северодонецкая городская типография". – 2007. – 224 с.

Поступила в редколлегию 15.10.08